

SNI

SNI 15-3039-1992

Standar Nasional Indonesia



**Tanah pemucat,
Mutu dan cara uji**

MUTU DAN CARA UJI TANAH PEMUCAT

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, klasifikasi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat penandaan dan cara pengemasan untuk tanah pemucat.

2. DEFINISI

Tanah pemucat (bleaching earth) adalah tanah lempung yang komposisi utamanya aluminium silikat hidrat yang dapat memucatkan warna minyak secara kontak.

3. KLASIFIKASI

Tanah pemucat ada dua jenis yaitu :

- (a). Tanah pemucat alamiah mutu I dan mutu II ialah tanah pemucat yang dapat memucatkan warna tanpa pengaktifan terlebih dahulu.
- (b). Tanah pemucat yang diaktifkan mutu I dan mutu II ialah, tanah pemucat yang dapat memucatkan warna dengan pengaktifan lebih dahulu.

4. SYARAT MUTU

Syarat-syarat kuantitatif sesuai Tabel.

Tabel
Syarat Mutu

No.	Uraian	Jenis			
		Alamiah		Yang diaktifkan	
		Mutu I	Mutu II	Mutu I	Mutu II
1.	Kadar air maks % b/b	10	10	10	10
2.	Hilang pijar maks % b/b	7	7	15	15
3.	p.H, dari suspensi 10%	6 -- 7	6 -- 7	2 -- 4	2 -- 4
4.	Analisa ayak kering % lolos 200 mesh, min	90	90	90	90
5.	Efisiensi memucatkan warna dibandingkan dengan tanah pemucat yang baik mutunya min. %	80	60	80	70
6.	Logam berbahaya:				
	— Tembaga (Cu) maks mg/kg	1	1	1	1
	— Timbal (Pb) maks mg/kg	0,1	0,1	0,1	0,1
	— Raksa (Hg) maks mg/kg	0,001	0,001	0,001	0,001
	— Arsen (As) maks mg/kg	0,05	0,05	0,05	0,05

Catatan :

Tanah pemucat yang baik ialah tanah pemucat yang dapat memucatkan warna minyak kelapa dari 40% transmitten sampai dengan 80% transmitten.

5. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Pengambilan contoh dilakukan sesuai dengan SII. 0426—81, *Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan*.

6. CARA UJI

6.1. Cara Uji Kadar Air

Timbang teliti 5 gram contoh dalam botol timbang yang lebar mulutnya. Keringkan pada suhu 105°C dalam dapur pengering selama 2 jam. Dinginkan dalam eksikator dan timbang sampai berat tetap.

$$\text{Kadar air} = \frac{E}{A} \times 100\%$$

A = berat contoh dalam gram

E = berat yang hilang sesudah dikeringkan dalam gram.

6.2. Cara Uji Hilang Pijar

Timbang 1,0 gram contoh dengan ketelitian 0,001 gram.

Masukkan ke dalam cawan Porselen, dipijarkan pada suhu $\pm 1000^\circ\text{C}$ selama 2 jam.

Dinginkan dalam eksikator dan timbang sampai berat tetap.

$$\text{Hilang pijar} : \frac{W_o - W_1}{W_o} \times 100\% - \text{kadar air.}$$

W_o = berat contoh dinyatakan dalam gram

W₁ = berat sisa pembakaran dinyatakan dalam gram

6.3. Cara Uji Kerapatan Semu

Timbang contoh 40 \pm 0,25 g, masukkan ke dalam gelas ukur dengan hati-hati.

Sumbat gelas ukur dan pindahkan ke dalam "dropping box", naik turunkan gelas ukur sebanyak 50 hitungan dengan selang waktu 2 detik.

Baca isi contoh dalam gelas ukur (V).

$$\text{Kerapatan semu} = \frac{40}{V} \text{ g/ml.}$$

6.4. Cara Uji Reaksi Suspensi dalam Air (pH)

Timbang teliti 10,0 g contoh.

Masukkan ke dalam gelas kimia 200 ml, tambah 100 ml air yang bebas CO₂, kocok \pm 1 menit dan diamkan 10 menit.

Periksa pH menggunakan pH meter dengan ketelitian satu desimal.

6.5. Cara Uji Analisa Ayak melalui 200 mesh (75 μm).

Timbang 50—100 gram dengan ketelitian 0,1 gram contoh yang sudah dikeringkan lebih dahulu pada suhu 105°C selama 2 jam. Tuangkan ke dalam ayakan dengan diameter lobang 75 m, kemudian diayak, tepung yang keluar dari ayakan.

$$\text{Hasil ayakan dalam \%} = \frac{M_1}{M_o} \times 100\%.$$

M₁ = berat hasil ayakan melalui 75 μm .

M_o = berat contoh.

6.6. Cara Uji Efisiensi Memucatkan Warna

Tuangkan 100 ml minyak kelapa yang transmitten 40% ke dalam gelas kimia 250 ml.

Panaskan sampai suhu $\pm 110^{\circ}\text{C}$.

Timbang 2,0 gram contoh dengan ketelitian 0,001 gram, masukkan ke dalam gelas kimia ke atas.

Panaskan selama $\frac{1}{2}$ jam sambil diaduk. Kemudian saring dan tentukan transmittennya.

Tentukan juga transmitten dari minyak asli yang telah diperlakukan sama dengan minyak contoh.

Hasilnya dibandingkan dengan tanah pemucat pembanding yang baik.

Alat : Untuk pengukuran warna minyak nabati menggunakan spektrofotometer atau Helige Color Comprator. Untuk pengukuran warna minyak bumi menggunakan Calorimeter A-S-T-M-D.1500.

Cara penggunaan kalorimeter ASTM 1500.

- Filtrat dalam suatu tabung diletakkan dalam ruangan kalorimeter. Pada ruangan lain dari kalorimeter diletakkan tabung lain yang diisi air suling dengan tinggi minimum 50 mm.
- Kedua ruangan ditutup sehingga tidak ada sinar dari luar yang mempengaruhi.
- Setelah diterangi dengan sumber cahaya pada kalorimeter, warna dari filtrat dibandingkan dengan warna dari gelas-gelas standar.
- Skala warna dari gelas standar yang warnanya sama atau lebih gelap berikutnya yang akan dilaporkan.

6.7. Cara Uji Logam Berbahaya Cu, Pb, Hg, dan As

Timbang 2,5 gram contoh dengan ketelitian 0,001 gram.

Masukkan ke dalam gelas kimia 400 ml, tambah 1 ml air dan larutkan dengan 25 ml asam campur HCl, HNO₃. Tambah 10 ml H₂SO₄ tutup gelas kimia dengan kaca arloji.

Uapkan larutan sampai uap SO₃ habis.

Larutkan dengan air, masukkan ke dalam labu takar 250 ml, encerkan sampai garis (larutan ini disiapkan untuk penetapan tembaga dan timbal).

6.7.1. Cara Uji Tembaga

Pereaksi yang digunakan

- Asam sulfat b.j 1,84
 - Asam campur HCl.HNO₃ :
2 bagian HCl b.j.1,18
1 bagian isi HNO₃ b.j.1,43
3 bagian isi H₂O.
 - Na₂SO₄ eksiketus
 - Amonia b.j. 0,885
 - Larutan ammonium sitrat :
40 gram asam sitrat monohidrat dilarutkan dalam 50 ml air diberi amonia sampai pH larutan menjadi pH 6 -- 7.
 - Kertas indikator lakmus
 - Larutan timbal dithiokarbonat
0,1 gram asetat dilarutkan dalam 25 ml air, ditambah 5 ml larutan K-Na tartrat 10%, dibuat alkalis dengan larutan KOH 10%, tambah 5 ml KCN 10% dan 0,125 gram Na dietil dithiokarbonat yang dilarutkan dulu dalam 25 ml air.
- Campurkan 250 ml tetrat kloroetilen, di kocok, ekstrak di ko-

cok dengan air dua kali, dipisahkan dan disaring: encerkan, tetra sampai 1 liter dan simpan dalam botol coklat (tahan 3 minggu).

Larutan Baku Tembaga

0,3928 gram $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam air, tambah 3 ml H_2SO_4 pekat, tambah air dan pindahkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera.

Pipet 10 ml larutan di atas masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda tera.

1 ml larutan = 0,01 mg Cu.

Pembuatan Kurva Kalibrasi

Ke dalam 6 buah corong pemisah 100 ml yang berisi 10 ml asam campur dan 5 ml larutan ammonium sitrat 90%, tambahkan masing-masing 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; dan 10,0 ml larutan baku tembaga. Tetestkan amonia sampai larutan sedikit alkalis terhadap kertas pH, tambah 3 ml amonia pH menjadi 9,6 - 9,8.

Tambahkan 10 ml larutan dietil dithiokarbonat kocok 1 menit pisahkan ke dalam Erlenmeyer yang telah diberi Na_2SO_4 anhidrat.

Ekstraksi dilakukan dua kali, saring dengan serabut kaca ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan CCl_4 sampai tanda tera. Periksa ekstrak dengan spektro foto meter pada gelombang 435 nm dan buat kurva kalibrasi.

Penetapan Tembaga

Pipet 50 ml larutan dari No. 6.7. masukkan ke dalam corong pemisah 100 ml, tambahkan 5 ml larutan ammonium sitrat 40% dan amonia sampai larutan alkalis. Tambahkan 15 ml larutan dithiokarbonat kocok selama 1 menit.

Saring ekstrak ke dalam labu takar 100 ml encerkan dengan CCl_4 sampai tanda tera. Tetapkan kadar tembaga dengan spektro foto meter pada panjang gelombang 435 nm dan platkan ke dalam kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar tembaga (Cu) mg/Kg} = \frac{a \times 1000}{b}$$

a = mg Cu yang dibaca pada kurva kalibrasi.

b = berat contoh.

6.7.2. Cara Uji Timbal

Pereaksi yang digunakan

— Larutan ammonium sitrat

Larutan 50 gram $(\text{NH}_4)_3\text{C}_5\text{H}_5\text{O}_7$ dalam 100 ml air.

— Amonia b.j. 0,885

— Larutan KCN

Larutan 5,0 gram KCN dalam air dan encerkan sampai 50 ml.

Ekstraksi dengan 10 ml larutan dithizon sampai larut berwarna hijau.

Cuci dengan CCl_4 untuk menghilangkan kelebihan dithizon.

— Larutan HNO_3 1 + 99 dan HNO_3 pekat.

— Larutan CCl_4 .

— Larutan dithizon.

Larutan 0,050 gram diphenil thio carbazon dalam 1 l CCl_4 .

— Larutan sitrat (dalam amoniak)

Larutkan 10 gram KCN dalam 500 ml NH_4OH pekat

Tambah 10 gram asam sitrat dan encerkan sampai 1 liter.

Larutan Baku Timbal

1,599 gram $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ anhidrat dilarutkan dalam air tambah 1 ml HNO_3 pekat, tambah air dan pindahkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera.

Pipet 5 ml larutan di atas masukkan ke dalam labu ukur 500 ml, encerkan sampai tanda tera.

1 ml larutan = 0,01 mg Pb.

Pembuatan Kurva Kalibrasi

Ke dalam 6 buah corong pemisah masukkan masing-masing 0; 2,0, 4,0; 6,0; 8,0 dan 10,0 ml larutan baku timbal.

Tambahkan 10 ml ammonium sitrat, 2 ml hydrosilamin hidroklorid dan 5 tetes indikator thymol biru.

Tambah NH_4OH pekat sampai larutan alkalis.

Tambah dengan hati-hati 4 ml KCN, tambah HNO_3 (1 + 99) sampai pH larutan menjadi 8,5 — 9,0.

Ekstraksi dengan 5 ml dithizon, kocok-kocok selama 1 menit, pisahkan ke dalam erlenmeyer, ekstraksi dilakukan dua kali.

Periksa ekstrak dengan Spektrofotometer pada panjang gelombang 510 nm dan buat kurva kalibrasi.

Penetapan Timbal

Pipet 50 ml larutan dari No. 6.7 masukkan ke dalam corong pemisah 100 ml, tambahkan berturut-turut 10 ml ammonium sitrat, 2 ml hidroksilamin hidroklorid, 2 atau 3 tetes thymol biru dan amonia pekat sampai larutan berwarna biru. Kemudian tambahkan 4 ml KCN dan HNO_3 10% sampai larutan berwarna hijau (pH 8,5 — 9,0).

Tambahkan 5 ml larutan dithizon, kocok selama 1 menit. Saring ekstrak ke dalam labu takar 100 ml, encerkan sampai garis. Tetapkan kadar timbal dengan menggunakan spektrofotometer = 510 nm dan platkan ke dalam kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar Pb mg/Kg} = \frac{a \times 1000}{b}$$

a = mg Pb yang dibaca pada kurva kalibrasi.

b = berat contoh.

6.7.3. Cara Uji Hg

Pereaksi yang digunakan : — HNO_3
 — H_2SO_4 (1 + 1)
 — NH_4Cl
 — NH_4OH
 — Larutan dithizon (0,05 g/1 l CCl_4)

Penetapan Hg

Timbang 5 gram contoh dengan ketelitian 0,001 gram. Masukkan ke dalam gelas kimia 250 ml, tambahkan air \pm 10 ml dan 25 ml HNO_3 pekat, dan keringkan. Setelah kering tambah air 29 ml dan 2 ml

H_2SO_4 (1 + 1) lalu dipanaskan. Ke dalam larutan di atas tambahkan 2 g NH_4Cl dan amonia sampai kertas lakmus berubah menjadi biru. Panaskan sampai hampir mendidih, saring ke dalam labu ukur 250 ml dan encerkan sampai tanda tera. Pipet 20 ml larutan, masukkan ke dalam corong pemisah 100 ml, tambah 2 ml H_2SO_4 (1 + 1) dan 2 ml larutan dithizon.

Kocok 1 menit kemudian amati warna kuning yang terbentuk dibandingkan dengan hasil ekstraksi dari larutan baku Hg yang sudah diketahui.

6.7.4. Cara Uji As

Pereaksi yang digunakan

- H_2SO_4 10%
- Potongan seng
- beberapa larutan baku As
- lor Sn (II) klorida

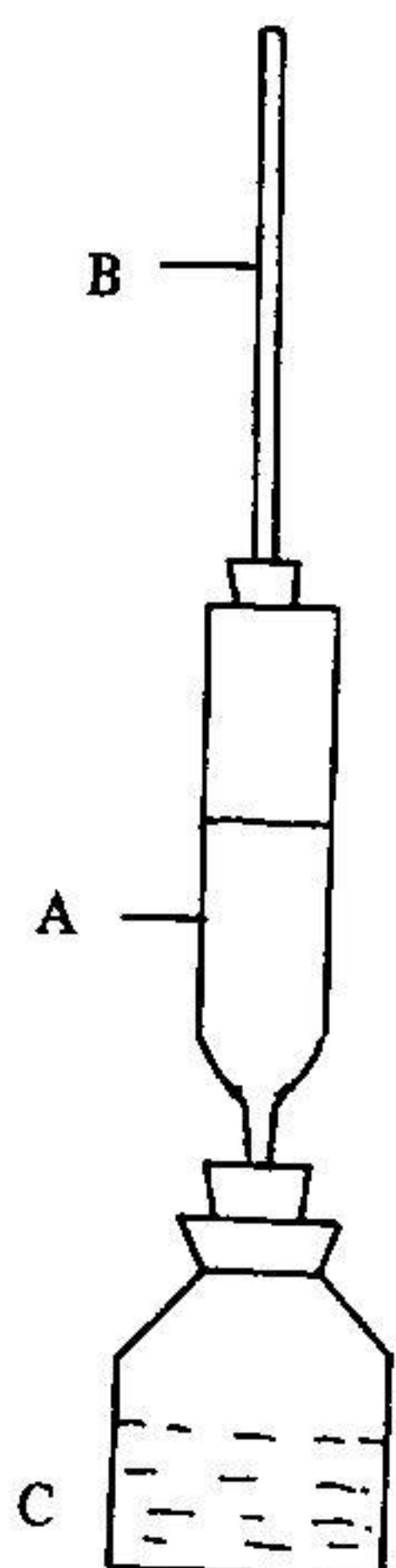
Penetapan As dengan cara Guzeit

Timbang 2,5 gram contoh dengan ketelitian 0,001 gram. Masukkan ke dalam gelas kimia 100 ml, tambah 1 ml air dan larutan dengan 25 ml H_2SO_4 10%.

Tutup gelas kimia dengan gelas arloji, didihkan larutan sampai uap SO_3 habis, kemudian dilarutkan dengan 25 ml air.

Masukkan ke dalam alat Guzeit (lihat gambar) yang dilengkapi dengan tabung panjang 6—8 cm dan diameter 6 mm yang didalamnya terdapat kapas kering (A) mengandung timbal dibuat dengan cara merendamnya dalam larutan timbal asetat 10% dan dikeringkan.

Alat Guzeit dilengkapi juga dengan benang sublimat (B) dibuat dengan cara merendamnya dalam larutan sublimat 5% ke dalam botol (C) ditambahkan 3,5 ml larutan Sn (II) klorida 10% dan potongan-potongan seng ± 10 gr kemudian botol (C) segera ditutup. Biarkan selama 1 jam dan diamati warna yang terbentuk pada ujung bagian bawah benang sublimat. Bandingkan warna coklat yang terbentuk dengan warna coklat yang terbentuk dari larutan-larutan baku As yang sudah diketahui.



Gambar
Alat Guzeit

7. SYARAT PENANDAAN

Pada tabel harus dicantumkan nama barang, berat netto dan nama produsen.

8. CARA PENGEMASAN

Dikemas dalam kemasan yang rapat, kedap air, serta agar aman dalam transportasi dan penyimpanan.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id